

⑫ 公開特許公報 (A) 平2-129238

⑬ Int. Cl. 5

C 08 J 8/26
// C 08 L 23:02

識別記号

CES

庁内整理番号

8517-4F

⑭ 公開 平成2年(1990)5月17日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全9頁)

⑮ 発明の名称 多層、微孔質ポリオレフィンシート物質およびその製造方法

⑯ 特 願 平1-177889

⑰ 出 願 平1(1989)7月10日

優先権主張 ⑪ 1988年10月14日⑬米国(US)⑭257949

⑮ 発明者 ジェームス スチーブ アメリカ合衆国ミネソタ州 セント ポール, 3エム センター(番地なし)

⑮ 出願人 ミネソタ マイニング アメリカ合衆国ミネソタ州セント ポール, 3エム センター(番地なし)
アンド マニュファクチャーリング カンパニー

⑮ 代理人 弁理士 浅村 略 外2名

明細書

1. 発明の名前

多層、微孔質ポリオレフィンシート物質および
その製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 自発的に泡を生じ、かつ、泡を消すと実質的に同じ気孔率を有する少なくとも2層の微孔質ポリオレフィン層からなることを特徴とする多層、微孔質ポリオレフィンシート物質。

(2) 前記の層が、同じ気孔率を有する請求項1のシート物質。

(3) 前記の層が、異なる気孔率を有する請求項1のシート物質。

(4) 前記の層が、同じポリオレフィン物質である請求項1のシート物質。

(5) 前記の層が、異なるポリオレフィン物質である請求項1のシート物質。

(6) 前記のポリオレフィンが、ポリエチレン、ポリプロピレンまたはそれらの組合せである請求項1のシート物質。

⑮ 多層、微孔質ポリオレフィンシート物質の製造方法であつて、

⑯ ポリオレフィンと、ブレンドの溶融温度で該ポリマーと相溶性であるが冷却すると相分離を起こす添加剤とを複数種合し、該温度から層を形成し、該層を非平衡相分離を起こす速度で、かつ温度まで冷却し、そして、該層を面圧するまで冷却することによって少なくとも2層の微孔質ポリオレフィン層を形成し；

⑰ 前記のポリオレフィンを溶融させうる溶剤を使用して各層から前記の添加剤を抽出し、そして該溶剤を接触させるか、または該溶剤を該層を接触させ、そして該層を接触から前記の添加剤を抽出し；そして

⑱ 該溶剤を乾燥させて前記の溶剤を除去して該層を面圧を接着させる

⑲ 該工程から成ることを特徴とする前記の方法。

⑳ 前記のシート物質の延伸をさらに含む請求項7の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明の背景

本発明の分野

本発明は、微孔質フィルムの多層ラミネート、その製造方法およびこれらから製造された物品に関する。

背景技術

多孔質および微孔質ポリマー フィルムは当業界において周知である。所産の性質を有するこれらのフィルムの製造方法には、通常、フィルムの延伸が含まれ、この延伸工程によってフィルムはさらにうすくなる。

微孔質フィルムには多数の用途があるが、この厚さのフィルムを導くには延伸前に押出紙から厚い成形膜を有する非生産的押出物を必要とする。これらのフィルムは、熱伝導、相分離および扩散制限のために、生産的でない。うすいフィルムの所産のフィルム厚さの値をうるためにには相互にラミネートすればよい。

多孔質ポリマー物質の伝統的な接着は接着剤および(または)温度/圧力法のいずれかで行なわ

れる。結合剤または接着剤は、物質の微孔網目構造中にかなりの距離を形成し、それによって結合を機械的に適当的位置に固定する。温度/圧力法には、カレンダー掛け、張張のあるニップアによる点接着、屈曲波溶接などが含まれる。これらの方はは、一般に、界面における層の気孔率を変化させ、從つて、粘合せフィルムの内部気孔率および空隙率間に不利な影響を及ぼす。これらの方ははまた、非ポリマー/フィルム物質の混合、異物による汚染、非連続な中國接着および不適切な割離接着の不利益を有する。これらの異界層の効率は、ラミネート全体に過度的、半接着および均一割合がしばしば所産されるような薄いフィルムの利用度に影響を及ぼす。

U. S. P. No 4, 650, 730

(Lundquist 等)には、バツテリーセパレーターとして有用な多層シート物質であつて、各々が予め決められた長さ、幅および 10 ミル未満の厚さを有する微孔質シートの形態の少なくとも 2 層を有する多層シート物質が開示されている。この多

層シート生産物は、少なくとも 1 枚の第 1 シートを少なくとも 1 枚の第 2 シートで両面接着によつて上を覆い、これらをニップローラー、カレンダー掛けなどに通すような慣用方法によつて形成される。あるいはまた、シート生産物は第 2 シートを通常はポリマーまたは可塑剤である第 1 相成形で覆被し、次いで可塑剤を除去することによつても形成できる。

U. S. P. No 4, 385, 093 および No 4, 478, 685 (Hubis) には、多成分、多孔質ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) 物質が開示されている。液体溶剤を含有する PTFE の構成材料を薄膜に接着させておき、乾燥させて溶剤を除去し、次いで 1 方向以上に延伸する。構成材料層の接着の効率は、接着用のアレスまたは 1 枚のカレンダーロールの使用によるような圧縮力の適用によつて促進される。

PTFE は常温接着性を示し、從つて、

PTFE のカレンダー掛けは、カレンダーを掛けたシートの厚さを減少させるのみならず、

PTFE シートを冷間接着する。この冷間接着または常温接着はこの発明の接着を生ずる。

U. S. P. No 4, 187, 390 (Gore) のおよび ICI Americas Inc. Technical Bulletin 「The Processing of PTFE Coagulated Dispersion Powders」 1 ~ 4 頁には、圧縮または剪断力による PTFE の形成が記載されている。

U. S. P. No 4, 247, 498 (Castro) には、比較的小さい寸法の微孔によつて接着されている気泡を有する比較的均質、三次元気泡構造を特徴とする微孔質ポリマーが開示されている。この微孔質ポリマーは、ポリマーおよび粗造化合物の混合物を加熱して、均質な溶液を形成し、該溶液が液体/液体分離を開始するような非平衡熱力学条件下で冷却し、かつ、該冷却が該混合物が実質的に融解強度に達するまで続けることによつて熱可塑性ポリマーから形成される。

U. S. P. No 4, 539, 255 (Shipman) には、熱可塑性ポリマーの多数のランダムに分散されて配置された導管、不均一形状粒子であり、

熱可塑性遮光性遮光子が熱可塑性ポリマーの複合のフィブリルによつて接着されていることを特徴とする微孔質シート物質が示示されている。このシート物質は、熱可塑性熱可塑性ポリマーと熱可塑性ポリマーとポリマーの結晶化温度で複合性であるが、該ポリマーの結晶化温度またはそれ以下の温度に冷却すると相分離を起こす化合物とを複合化して複合織ブレンドの付形物を形成し、該付形物をポリマーが結晶化する温度に冷却して熱可塑性ポリマーと前記の化合物で相分離を起こさせることによつて形成される。

U. S. P. No. 4,726,989

(Kroczinski) には、熱可塑性熱可塑性ポリマーと、その後に熱可塑性ポリマーの結晶化を示す熱可塑性およびポリマーの複合温度では熱可塑性ポリマーと複合性であるが該ポリマーの結晶化温度またはそれ以下の温度に冷却すると相分離を起こす化合物とを複合化し、該複合ブレンドの付形物を形成し、該複合物が熱可塑性ポリマーの結晶化を示す、熱可塑性ポリマーと前記の化合物で相分離を

に相分離を起こす温度に該付形物を冷却させることによつて形成される微孔質物質を示示している。

本発明の目的

本発明は、織が由毛状に接着し、かつ、接着部と実質的に同じ強度を有する少なくとも2層の微孔質ポリオレフィン層から成る多層、微孔質シート物質による。この織は別にまたは異なる微孔質を有してもよく、該織は例えばポリエチレン、ポリプロピレンまたはそれらの混合物のような同じか異なるポリオレフィンでもよい。この織は同じ有効織孔寸法を有してもよく、または該織は異なる有効織孔寸法を有し、例えば該質全体にわたつて均配有効織孔を生成してもよい。

堅くべきことに、外部から荷重の適切の量を必要とすることなく接着が行なわれる。従つて、ラミネートの中間層は破壊されず、ラミネートの各シートは次のシートの界面までその特性を保有している。

本発明の織の中間層接着の利点は、高い中間層

接着性、人工的被膜により妨害されることのない個々の層の特性の保有および異なる性質の層を接着させることである。例えば、同様なシートのラミネートの微孔質および空隙率は、接着させる前の個々のシートのと同じである。また、これらの特性はラミネートの各シートの特性を変化させることによつて各層の要求通りに選択させることができる。

本発明は、

単一ポリオレフィンと、ブレンドの複合温度でポリマーと複合性であるが冷却すると相分離する接着剤とを複合化し、該溶液から織を形成し、該織を非平衡相分離を開始する温度および温度まで冷却し、そして冷却して該織を凝固させ；

および前記のポリオレフィンを露囲させうる溶剤を使用して各層から該剤を抽出し、溶剤を抽出後を接着させ、または該溶液露囲を接熱させ、かつ、該接熱層から溶剤を抽出し、そして

（b）該接熱層を乾燥させて接着剤を除去し、該接熱層を接着させる

織工場から成る多層、微孔質ポリオレフィンシートの製造方法にも関する。

堅くべきことに、本発明の微孔質ポリオレフィンシートの多層接着は、複合織のような複合織を使用することなく、カレンダー接着のような外圧強度を使用することなくかおよび熱を加えることなくラミネートが形成できる。ラミネートに外部から加えられたかく乱のすべては中間層境界に毫もしくない影響を及ぼす。

これららの層は、所望により、該加熱の露云前または乾燥および接着後に延伸する。乾燥層に露雲に形成された接着は、一般に、層内の結合性より強い。

本発明の詳細な説明

本発明において有用な微孔質ポリオレフィン織は、成一層熱力学、非平衡相分離、または成一因熱力学、非平衡相分離のいずれかで形成できる。成一層相分離が起つたとき、空隙を含む気泡は、織構造、レース状または半連續的境界によつて包まれる。延伸すると気泡は延伸の方向に引伸ばさ

れる。延伸高分子の性質は、一例に、主軸：小輪のアスペクト比が1.0以上であり、主軸が一軸に高分子の表面と平行に進くなっている状況が状態である。複一軸相分離が起つたとき、物質は、多數の凹面を説いてランダムに配設された不均一形状、零軸の無可塑性ポリマー粒子、該物質全体崩壊粒子は互に分離しており、相互に連結し、無可塑性ポリマーから成る複数のフィアリルによって相互に連結されている複数小孔の表面構造を有する物質が得られる。フィアリルは延伸によって引伸ばされ、無可塑性ポリマー粒子間には比較的大きい空間をより増加された気孔率を付与する。複一軸相分離は、例えばU.S.P. no 4,247,498 (Castro) に、および複一軸相分離は、例えば、U.S.P. no 4,539,256 (Shipman) に記載されている。

本発明において有用なポリオレフィンには、好ましくはエチレンおよびプロピレンのポリマーのみならず1-オクテン、1-アーテン、1-メチル-4-ベンテン、ステレンなどのポリマーおよ

び組合して粘度および非晶質セグメントを含むことができる2種以上のかのようなオレフィンのコポリマーおよびアイソタクチックポリプロピレンとアタクチックポリプロピレン、アイソタクチックポリスチレンおよびアタクチックポリスチレンの混合物のようのかのようなポリマーの立体特異性物の組合物が含まれる。

ポリオレフィンと常温凝集できる低粘度は、ポリマーの溶融温度以上に加熱されたとき無可塑性ポリマーと液滴を形成することができ、かつ、冷却するとポリマーから相分離する物質である。該体とポリマーとの相容性は、ポリマーと液体とを加熱して透明均質な溶液を形成することによって測定できる。ポリマーと液体との溶液がすべての液体濃度で形成できなければ、その液体はポリマーと共に使用するのに不適である。実験には、使用される液体には、空間では固体であるが、ポリマーの溶融温度では液体である化合物である。一般に、非晶性ポリオレフィンとしては、潤滑な重油溶解度パラメーターを有する非晶性有機酸

体が常温温度で一般に有用である。選択したポリマーがポリマー溶融温度で液体アレンド中に可塑性であり、かつ、形成された液滴が冷却すると相分離を形成する限りにおいて2種以上の液滴混合物も使用できる。

脂肪族および芳香族族、環状族、芳香族および環式アルコール、第一および第二アミン、芳香族およびエトキシカルボニル、ジアミン、エステル並びにジエチル、エーテル、ケトンおよび各種の炭化水素および複数種環式化合物を含む各種の有機化合物が、脂溶性液体として有用なことが見出されている。

選ばれるポリマーがポリプロピレンのときは、低粘度の脂肪族炭化水素、ジアミルフタレートのようなエチル、ジベンジルエーテルのようなエーテルが相溶性液体として有用である。ポリマーが高密度ポリエチレンのときは、低粘度の脂肪族炭化水素またはメチルノニルケトンのような脂肪族ケトンまたはジオクチルフタレートのようなエチルが相溶性液体として有用である。

低密度ポリエチレンと共に使用する相溶性液体には、デカン酸およびオレイン酸のような脂肪族酸またはデシルアルコールのような第一アルコールが含まれる。

使用される液体-ポリマー系に対して予め説められた濃度範囲内から選ばれる実際のポリマー濃度は、相溶性の配比によって限定される。ポリマー濃度および分子量は、冷却すると形成する微小孔構造が次の加工工程における取扱いのために適切な強度を有するのに十分でなければならない。ポリマー濃度は、液体-ポリマー溶融溶液の粘度が物質の付形に使用される装置に対して好適であるような濃度でなければならない。相溶性液体中におけるポリマー濃度は、一般に、約10~80重量%であり、これは相溶性液体温度の20~90重量%に相当する。

無可塑性ポリマーと相溶性液体との相対度は、各系と共に変化する。一定の系内において使用することができるポリマー濃度は、第1節に示すようなポリマー液体系用の濃度-割成グラフを参照

にして決定できる。かようなグラフは、
Saunders, Van Aartsen および Steen bergen によ
つて Solfid - Z. U. Z. Polymers, 243.
14~20 (1971) に示されているような公
開の方法によつて容易に作製できる。

今から今までの曲線部分は、熱力学平衡-液
相分離を表わす。 T_{UCST} は上部臨界溶浴温度、す
なわち、液-液相分離が起こるであろうその系の
最高温度を表わす。 μ_{UCST} は、臨界組成を表わす。
本発明の微孔質ポリマーの形成のためには、特定
の系に使用されるポリマー濃度は μ_{UCST} 以上でな
ければならない。ポリマー濃度がこれより低ければ、
系の浴槽に伴つて起こる相分離は不適格ポリ
マー相を有する逆熱浴槽を形成し、十分な一様性
に欠ける構造になる。

今から今までの曲線の部分は、平衡-液相分
離を表わす。あるいはまた、相溶性液体は熱可逆性
ポリマーと相溶性液体系が全剤成能率にわたつて
液-液相分離または液-液相分離を示すように
進ぶことができる。系内における一定の浴槽温度

に対して、相溶性液体の結晶化温度-浴槽温度が
決定でき、この曲線から一定の浴槽温度で所定の
微孔質構造を生成するであろうポリマーおよび液
体の濃度を決定できる。結晶化温度の決定は、半
結晶性ポリマーを配合した系のための温度-浴槽
相對を決定する別法である。

本発明の方法において、浴槽の浴槽温度は、相
分離が熱力学平衡条件下で起らなければ十分な浴
槽温度である限りにおいて広い範囲内で変化でき
る。多數の液体-ポリマー系において、液体-ポ
リマー-液体の浴槽温度が低いが、液-液相分離を
起こすには十分であるときは、液-液相分離は實
質的に均一な方法の多數の液体小滴の形成と實質
的に同時に液-液相分離が起こる。浴槽温度が小
滴を形成するような濃度のときは、得られる微孔
質ポリマーは逆熱浴槽構造を有する。液体-ポ
リマー-液体の浴槽温度が低いときは、浴槽は尖端
(Spinodal) 分離と呼ばれる同時段階が行なわれ、
得られた微孔質ポリマーは逆熱浴槽構造を有
するであろう。この微孔質構造はレース状構

造と呼ばれる。結晶性ポリマーを含む多數のポリ
マー系では、浴槽温度が液-液相分離が得られる
のに十分であるときは、得られる微孔質ポリマー
は球形 (Spherulitic) 後熟構造を有するであ
る。かように、浴槽温度および使用する液体-
ポリマー系を変化させることによつて、液-液または
液-固相分離法のいずれかにより異なる微孔
質構造を得ることができる。

添加剤は層を接触させて接着させる前または後
で浴槽抽出によって形成した構造から除去され、
浴槽が添加剤に代つてポリオレフィン物質の微孔
中にに入る。シート後熱の前に添加剤の浴槽との離
は、翌々のシートが比較的うすいため添加剤の
除去が容易かつ迅速であり、また、除去すべき比
較的弱い添加剤も比較的容易に除去できる利点
を有する。

ポリオレフィンシート物質から添加剤を抽出す
ることができる、かつ、ポリオレフィンポリマーを
除去させうる任意の浴槽が、本発明の方法にかけ
る浴槽用浴槽として使用できる。アルカン、ハロ

ゲン化アルカン、アルコール、ケトンおよび芳香
族溶剤が浴槽抽出用として一概に好適である。
かような浴槽用溶剤には、1, 1, 1, -トリクロ
ロエタン、メチル エチルケトン、トルエンの
およびイソプロピルアルコールが含まれる。

添加剤が浴槽抽出によって除去され、結合すべ
き微孔質ポリオレフィンシートを接触させた後、
浴槽を脱脂させ、そしてシートを接触表面で互に
接触させる。

形成されたシートは互に接触させる前に乾燥さ
せてはならない。添加剤または浴槽用溶剤のいづ
れかが、シートを互に接触させるまではシート中
に残留させなければならない。

微孔質ポリオレフィン物質の製造に使用される
添加剤は、ポリマーの非晶質領域中に吸着され
ることによつてポリマーを脱脂させる傾向がある。
添加剤除去用に使用される浴槽は、浴槽が乾燥さ
れるまでは同じ非晶質領域を離脱または蒸発中に
吸着される。ポリマーは乾燥すると微分吸湿する。
本発明の接着工程の間、浴槽用溶剤はポリマーシ

ートを露出させ、そして、ポリマー・シートが露面に接触しているから、露面によって開口シートが縮み、ポリマーのこぶ（node）の点と点との接着を起こし、ここでポリマー・露面間に接着結合が出現するものと考えられている。接着結合はこれらが接触している固体の表面に対する分子の極めてうすい層における接合である。

驚くべきことに、この接着が行なわれるのに外部からの物理的手段を加える必要がない。たとえば、ラミネートの中間層界面は接着を受け、かつ、ラミネートの各シートは次のシートの界面までその特性を保持している。

本発明のこの種の中間層接着の利点は、高い中間層接着強さ、人工接合によって妨害されない個々の層の特性の維持および異なる性質の層を接着させることである。たとえば、商標名シートのラミネートの低孔率および空隙容積は、接着前の個々のシートのそれらと同じである。またこれらの特性は、ラミネートの各シートの性質を変化させることによって各層の要求に適合するように製造

できる。

粗粒性液体の除去および所産により、延伸板に、漏られた多孔質物質は例えば液体溶剤溶液、溶剤分散液または固体のような各層の物質の添加によって改善することができる。かような物質は多孔の公知の方法に吸収させることができ、これらの物質は多孔質物質の多孔質構造内に付着する。吸収された物質は、從孔質構造中の物理的に閉じ込められるかまたは多孔質構造のポリマー物質と化学的に反応する。吸収される物質の例には、表面活性剤、消泡剤防止剤、界面活性剤および殺虫剤が含まれる。泡可塑性ポリマーにはウレタンモノマーを吸収させることができる。これらはその場所で結合して液体不透性、揮発性物質が拘束される。

本発明の多孔質ラミネートシートは、テープ、ピンホールのない包装、バツツリーセパレーター、組合用剤、およびフィルターのような広い範囲の用途に有用である。創出された多孔質複合体は、各物質が別個に創出された多孔質性を有する異種

の物質を一層に接着させることによって得られる。組合した多孔質シートを比較的長い低孔質シート間に接着させて短い可能なフィルター物質を得ることができ。多孔寸法の勾配を利用して利用する他のフィルター製品では比較的高い通風能力および比較的長いフィルター寿命が得られる。

本発明を次の実施例によってさらに説明する。実施例において別記しない限りすべての部およびパーセントは重量で示す。実験例において、「Gurley Seconds」として報告する例は、ASTM-D-792-58方法Aによるシート物質を50ccの空気が通過するのに要した秒で示した時間の規定値である。密度はASTM-D-792-66の比抵抗測定によって測定したg/ccで示す値である。空隙容積は、次式により多孔質物質の密度および一定のポリマー密度に基づく：

$$\text{空隙容積} = 1 - \left[\frac{\text{測定した密度}}{\text{一定ポリマー密度}} \right] \times 100 \%$$

実験例 1

例0.07のメルトイインデックスを有する高密度ポリエチレン（American Hoechst Company, Leominster, Massachusettsから商標名GM 925 5 5 2として入手できる）約26重量%および約74重量%の低油（Amoco Oil Companyから商標名AMOCO TH White Mineral Oil # 31 USP Gradeとして入手できる）の組成物を使用し、U.S.P. No. 4.539.256に記載の溶剤-溶剤分離方法を使用して厚さ0.3mmシートの物質を製造した。ポリエチレン/低油ブレンドを、0.05cmのギャップがある30.5cm流延ダイを通り160°Cの溶融機度に維持されている40mmニチスクリュー押出機を使用し32cmに維持されている流延ホイール上に溶融押出した。この物質の5枚のシートを1, 1, 1-トリクロロエタン中に浸漬し、低油を脱去し、かつ、置換えた。溶剤用四シートを互の上に積重ね、そして、乾燥のため荷重フレーム上に取付け、この荷重からシートはフレーム中において吸収および強化はじめ、ここで露面に接着接着が起こった。接着結合

体を82°Cで3×3に2倍延伸し、かつ、95°Cで1分間熱処理した。2倍延伸の前または後に多孔質物質の膜を手によって分離する実験では、各層が十分に接着し、分離できないことが証明された。5編孔質ポリオレフィンシートは、50.4秒のGurley値、0.082g/ccの密度、91.4%の空隙容積および0.66mmの厚さを有した。

実施例2

0.8のメルトフローインデックスを有するポリプロピレン(Himont社、Wilmington、DelawareからPro-faxTM 6723の商標名で入手できる)、約40重量%および約80重量%の塗油から成る脂成物を使用し、U.S.P. No. 4,726,989に記載のように成核剤を配合して液-固相分離法を使用して厚さ0.1mmのシート物質を製造した。0.3重量% (ポリマー重量に基づいて) のジベンクリジデンソルビトル樹脂用(Hillite Chemical社からHillidTM 3905の商標名で入手できる)を配合し、これを押出前にポリプロピ

レンペレット上に乾式散布した。ポリプロピレン/脂成物アレンドを、0.05%のギヤップを有する30.5cm流延ダイを通し205°Cで維持されている40cmの2軸スクリュー押出機により49で維持されている流延ホイール上に溶融押出した。この物質の2枚のシートを1.1.1-トリクロロエタン中に浸漬して塗油を除去し、かつ、これを置換した。溶剤複合シートを互に接着ねじり、乾燥のため荷用フレーム上に取付けた。シートが乾燥するに伴い、これらはフレーム中で収縮および緊張はじめ、ここで層間に接着接着が起こった。乾燥複合体を95°Cで2.5×2.5に延伸した。手による多孔質物質の膜を2倍延伸の前および後に引張る実験では、膜は十分に接着しており引張ることができないことが証明された。この2倍孔質ポリプロピレンシート物質は、13.4秒のGurley値、0.193g/ccの密度、78.6%の空隙容積および0.10mmの厚さを有した。

第2図は本実施例2によつて製造した2

枚のポリプロピレン微孔質シートの界面観察域の顕微鏡写真である。顕微鏡写真の左半分は、1000×の倍率であり、左半分の一部(左半分内の小さい長方形で囲つて示す)はさらに10,000×に拡大し、顕微鏡写真の右半分に微孔質シートの界面観察域のさらに詳細な横断面図として示した。顕微鏡写真右半分の下部右角に示したバー標尺(白の実線に横くに赤ダツシユ)は長さを示す尺度標尺である。バー標尺の白実線部分は顕微鏡写真の左半分においては10μmであり、右半分においては1μmである。

第3図は左半分で1000×そして、右半分で10,000×の同じ分割スクリーン倍率での第2回の微孔質ラミネートの界面観察の顕微鏡写真である。

実施例3

約41重量%のポリプロピレン(Pro-FaxTM 6723)および約59重量%のN,N-ビス(2-ヒドロキシエチル)タローアミン(Armak Chemical社からArmeataTM 310の商標

名で入手できる)から成る脂成物を使用し、U.S.P. No. 4,247,498に記載のよう後一級相分離方法を使用して0.17mm厚さのシート物質を製造した。ポリプロピレン/タローアミンアレンドを、1.5.2×0.0178mmのギヤップの流延ダイを通して260°Cの溶融温度に維持されている1#Killion押出機を使用し、60°Cで維持されている流延ホイール上に溶融押出した。この物質の2枚のシートを1.1.1-トリクロロエタン中に浸漬して、タローアミンを除去および置換した。溶剤複合シートを相互に接着ねじり、乾燥のため荷用フレームに取付けた。シートの乾燥に伴い、これらはフレーム中において収縮かつ緊張し、ここで層間に接着接着が起こった。乾燥複合体は、121°Cで2.0×2.0に2倍延伸した。2倍延伸の前および後で手によつて多孔質物質の膜を引張る試みによつて、膜は十分に接着し、かつ、分離できないことが証明された。2倍孔質ポリプロピレンシート物質は、44.4.2秒のGurley値、0.186g/ccの密度、

81. 6%の空隙容積および0. 21mmの厚さを有した。

実施例 4

実施例2のように製造したポリプロピレン／塗油の单一シートおよび実施例1のように製造したポリプロピレン／塗油の单一シート1. 1. 1-トリクロロエタン中に浸漬し、塗油を除去し、かつ、置換えた。溶剂脱脂シートを複数に積重ね、そして吃油用に拘束フレーム中に取付けた。シートが乾燥するに伴い、これらはフレーム中において収縮、かつ、緊張し、ここで密間に接着を生じた。乾燥複合体を85°Cで2. 5×2. 5に2倍延伸した。2倍延伸の前および膜で手により多孔質物質の膜を引離す実験では繊が十分に接着していることが確認された。2倍の繊維質ポリプロピレン／ポリエチレン繊維は、1. 4. 5秒のGurley値、0. 1589g/ccの密度、8. 3%の空隙容積、および0. 11mmの厚さを有した。

実施例 5

第1シートが49重量%のポリエチレンおよび

51重量%の塗油を含有し、第2シートが34重量%のポリエチレンおよび66重量%の塗油を含有したのを除いて、実施例1の被膜複合方法によつて2枚のポリエチレン／塗油のシートを製造した。各シートの試験を個々に1. 1. 1-トリクロロエタン中に浸漬し、塗油を除去および置換えた。各溶剂脱脂シートを個々に拘束フレーム中に取付け、乾燥させ、かつ、88°Cで3×3に2倍延伸した。49重量%のポリエチレンおよび51重量%の塗油を使用して製造したシートは、42. 4秒のGurley値、0. 2539g/ccの密度、73. 5%の空隙容積および0. 05mmの厚さを有した。34重量%のポリエチレンおよび66重量%を使用して製造したシートは、20. 4秒のGurley値、0. 1039g/ccの密度、8. 2%の空隙容積および0. 03mmの厚さを有した。

各シートの別の試験を1. 1. 1-トリクロロエタン中に浸漬して、塗油を除去および置換えた。溶剂脱脂シートを積重ね、乾燥のため拘束フレーム中に取付けた。シートが乾燥するに伴い、こ

れらはフレーム中において収縮かつ、緊張はじめた、ここで密間に接着を生じた。吃油複合体を88°Cで3×3に2倍延伸した。2倍延伸の前後で手によつて多孔質物質の膜を引離す実験では、繊は十分に接着しており、かつ、分離できないうことが確認された。2-層ポリエチレン繊維シートは、7. 1. 2秒のGurley値、0. 1769g/ccの密度、8. 1. 5%の空隙容積および0. 08mmの厚さを有した。

比較例 1

乾燥、未延伸ポリエチレン／PTFEの2枚のシートに加工助剤であるIsoparTMM(イソパラフィン石油炭化水素、EXXON CO. から入手できる)を吸収させ、次いで溶剤で抽出してIsoparTMMを除去した。溶剂脱脂シートを積重ね、かつ、拘束フレームに取付け乾燥させた。乾燥後に、層状PTFEシートをフレームから取外した。このシートは接着しておらず、フレームから取外した直後に離れて落ちた。

比較例 2

82重量%のPTFEおよび18重量%のIsoparTMMを含有する新しく加工したPTFEシート物質の2枚のシートを1. 1. 1-トリクロロエタンで溶剂洗浄し、IsoparTMMを除去した。溶剂脱脂シートを積重ね、拘束フレームに取付け、そして、乾燥させた。乾燥後、層状PTFEシートをフレームから取外した。シートは接着しておらず、フレームから取外した直後に離れて落ちた。

当装置には本発明の発明から過渡することなく種々の要法および改良方法が明かになるであろう、そして、本発明は試験の目的で明義基に示した事項に拘束されない。

4. 物質の簡単な説明

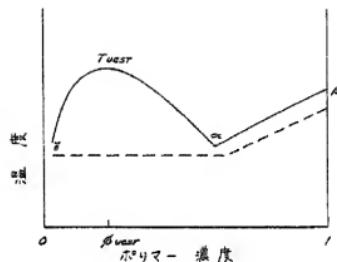
第1図は本発明の熱可塑性ポリマー／拘束液体系の強度－屈折アロットである。

第2図は、本発明の実施例2の2層の繊維質ポリプロピレン層の界面及び界面の横断面の類似模写図である。

第3図は、本発明の実施例2の接着ポリプロピ

レンズの表面の顕微鏡写真である。

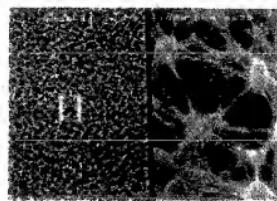
代理人 植村 譲



第 1 図



第 2 図



第 3 図